

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**SEMICONDUCTOR LIGHT-EMITTING ELEMENT AND MANUFACTURE THEREOF**

Patent Number: JP5190903  
Publication date: 1993-07-30  
Inventor(s): IMAI HIDEAKI; others: 01  
Applicant(s): ASAHI CHEM IND CO LTD  
Requested Patent: ☐ JP5190903  
Application Number: JP19920004720 19920114  
Priority Number(s):  
IPC Classification: H01L33/00; H01L21/203  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PURPOSE:** To obtain a visible light-emitting element made of gallium nitride series semiconductor.

**CONSTITUTION:** This is a visible light-emitting semiconductor element which has a gallium nitride series polycrystal semiconductor layer 17 formed on a substrate 16 of sapphire R-plane with off-angle of not more than 0.8 deg. and a light-emitting layer comprising a gallium nitride series single crystal semiconductor layer 18 thereon. And a blue light-emitting element may be made by implementing injection of an electric current with the thickness of the gallium nitride series semiconductor film being not more than 1μm on the substrate 16 of sapphire R-plane. And the film thickness is small, so that the process for manufacture of a light-emitting element may be made easy and high in reliability and at the same time light-deriving efficiency may be increased.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開 号

特開平5-190903

(43)公開日 平成5年(1993)7月30日

(51)Int.Cl.<sup>4</sup>

H01L 33/00

21/203

識別記号

庁内整理番号

FI

技術表示箇所

C 8934-4M

M 8422-4M

審査請求 未請求 請求項の数8(全8頁)

(21)出願番号 特願平4-4720

(22)出願日 平成4年(1992)1月14日

(71)出願人 000000033

旭化成工業株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

(72)発明者 今井 秀秋

静岡県富士市鮫島2番地の1 旭化成工業株式会社内

(72)発明者 宮田 邦夫

静岡県富士市鮫島2番地の1 旭化成工業株式会社内

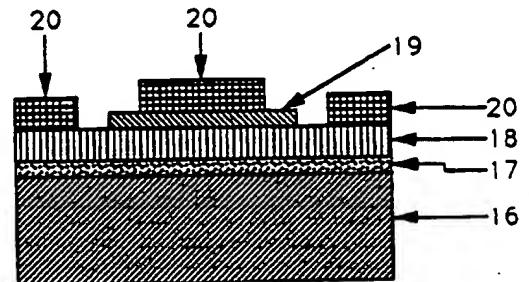
(54)【発明の名称】 半導体発光素子およびその製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 窒化ガリウム系半導体の可視光領域の発光素子用を得る。

【構成】 サファイアR面基板16上に多結晶窒化ガリウム系半導体層17、その上に単結晶窒化ガリウム系半導体層18からなる発光層を有する可視光領域の半導体発光素子。

【効果】 サファイアR面基板上に1 $\mu$ m以下という窒化ガリウム系半導体の膜厚で電流注入により青色発光する素子を作製することができた。また、膜厚が小さいため発光素子を作製するプロセスが容易で信頼性の高いものになり、かつ光の取り出し効率を高くすることができるという特長がある。



R011574

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 オフ角0.8度以下のサファイアR面基板上に形成された多結晶窒化ガリウム系半導体薄膜と、該多結晶窒化ガリウム系半導体上に形成された単結晶窒化ガリウム系半導体からなる発光層を少なくとも一つ有することを特徴とする窒化ガリウム系半導体発光素子。

【請求項2】 オフ角0.8度以下のサファイアR面基板上に形成された多結晶窒化ガリウム系半導体薄膜と、該多結晶窒化ガリウム系半導体上にn型の単結晶窒化ガリウム系半導体層およびp型あるいはi型からなる単結晶窒化ガリウム系半導体層からなる発光層を少なくとも一つ有することを特徴とする請求項1記載の窒化ガリウム系半導体発光素子。

【請求項3】 オフ角0.8度以下のサファイアR面基板上に形成される多結晶窒化ガリウム系半導体薄膜の膜厚が100～5000オングストロームであることを特徴とする請求項1あるいは2記載の窒化ガリウム系半導体発光素子。

【請求項4】 多結晶窒化ガリウム系半導体がGa, InあるいはAlの少なくとも一種類のIII族元素を含んでなることを特徴とする請求項1, 2あるいは3記載の半導体発光素子。

【請求項5】 単結晶窒化ガリウム系半導体がGa, InあるいはAlの少なくとも一種類のIII族元素を含んでなることを特徴とする請求項1, 2あるいは3記載の半導体発光素子。

【請求項6】 MBE法において、窒素を含有するガス状化合物を供給するガスソースと、III族元素を供給する固体ソースを有する結晶成長装置を用い、オフ角0.8度以下のサファイアR面基板上に窒素を含有するガス状化合物とIII族元素を供給することにより、該基板上に多結晶窒化ガリウム系半導体層を形成する工程、該多結晶窒化ガリウム上にn型の単結晶窒化ガリウム系半導体層を形成する工程、つづいて該単結晶窒化ガリウム系半導体層上にp型あるいはi型からなる単結晶窒化ガリウム系半導体層を形成する工程を少なくとも含むことを特徴とする半導体発光素子の製造方法。

【請求項7】 MBE法において、窒素を含有するガス状化合物を供給するガスソースと、III族元素を供給する固体ソースを有する結晶成長装置を用い、オフ角0.8度以下のサファイアR面基板上に窒素を含有するガス状化合物とIII族元素を供給することにより、該基板上に多結晶窒化ガリウム系半導体層を形成する際、該基板上に成長する多結晶窒化ガリウム系半導体薄膜の膜厚が100～5000オングストロームであることを特徴とする請求項6記載の半導体発光素子の製造方法。

【請求項8】 窒素を含有するガス状化合物としては、アンモニア、三フッ化窒素、ヒドラジンあるいはジメチルヒドラジンから選ばれたガスを用い、固体ソースとしては、Al, GaあるいはInの金属単体、あるいは金

2

属塩から選ばれた少なくとも一種類を用いることを特徴とする請求項6あるいは7記載の半導体発光素子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、特にディスプレイ、光通信やOA機器の光源等に最適な紫外域～青色発光ダイオードおよびレーザーダイオード等に用いることができる半導体発光素子およびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】半導体素子は広い分野において表示素子や種々の光源として使用されている。しかし、紫外域～青色発光ダイオードは実用化されておらず、特に3原色を必要とするディスプレイ用として開発が急がれている。レーザーダイオードは光ディスクやコンパクトディスクの光源として、記録密度を10倍以上大きくすることができるといって期待されているもののまだ実用化されていない。紫外域～青色発光ダイオードおよびレーザーダイオードとしては、Ga<sub>2</sub>N, ZnSe, ZnSやSiCなどの化合物半導体を用いることが考えられている。

【0003】しかし、一般的にこれらの広いバンドギャップを有する化合物半導体薄膜の作製は難しく、発光素子に使用可能な薄膜の製造方法はまだ確立されていない。例えば、青色発光素子として有望視されている窒化ガリウム(GaN)は、これまではサファイアC面上にMOCVD法、あるいはVPE法により成膜されている【ジャーナル オブ アプライド フイズクス(Journal of Applied Physics)56 (1984)2367-2368】が、良好な結晶を得るためには反応温度を高くする必要があり、製造が著しく困難であった。さらに、高温での成長であるため窒素が不足し欠陥となり、キャリア密度が極めて大きくなるので良好な半導体特性がいまだ得られていない。したがって、それを克服するためにサファイアC面上に窒化アルミニウムのバッファ層を設け、その上に比較的膜厚の大きいGaN薄膜を作製して半導体発光素子を作製している。

【0004】

また、低温成膜を実現する試みでは、供給する窒素ガスに電子シャワーを照射して活性化する方法が行われている【ジャーナル オブ アプライド フイズクス(Jap.J.Appl.Phys.),20,L545(1981)]が、この方法によっても発光にいたる良質の膜質は得られていない。また、窒素の不足を起こさないように活性の高い窒素源を用いて成膜を行うことが試みられ、その活性の高い窒素を得るためにプラズマを利用する方法が行われている【ジャーナル オブ バキュームサイエンス アンド テクノロジー(J.Vac.Science Technol.),A7,701(1989)]が成功していないのが現状である。

【0005】さらに、サファイアR面上に窒化ガリウム

3

系半導体薄膜を成長する検討も行われてきたが、まだ発光素子グレード高品質の窒化ガリウム系半導体薄膜を得ることはできていない。【応用物理学会第51回秋季年会発表SZ1000】このため、発光素子を作製できる良質の窒化ガリウム系半導体薄膜からなる発光層を得ることは極めて困難であり、青色発光素子製作の大きな問題点であった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、この問題点を解決して半導体発光素子として良好な特性を有する発光素子構造およびその製造方法を提供しようとするものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは前記問題点を解決するため鋭意研究を重ねた結果、多結晶窒化ガリウム系半導体薄膜の上に少なくとも一種類の単結晶窒化ガリウム系半導体からなる発光層を設けることにより優れた特性の半導体発光素子を得ることができるようになったものである。

【0008】すなわち、本発明の第一はオフ角0.8度以下のサファイアR面基板上に形成された多結晶窒化ガリウム系半導体薄膜と、該多結晶窒化ガリウム系半導体上に形成された単結晶窒化ガリウム系半導体からなる発光層を少なくとも一つ有することを特徴とする窒化ガリウム系半導体発光素子である。本発明の第二はMBE法において、窒素を含有するガス状化合物を供給するガスソースと、III族元素を供給する固体ソースを有する結晶成長装置を用い、オフ角0.8度以下のサファイアR面基板上に窒素を含有するガス状化合物とIII族元素を供給することにより、該基板上に多結晶窒化ガリウム系半導体層を形成する工程、該多結晶窒化ガリウム上にn型の単結晶窒化ガリウム系半導体を形成する工程、つづいて該単結晶窒化ガリウム系半導体薄膜上にp型あるいはi型からなる単結晶窒化ガリウム系半導体層を形成する工程を少なくとも含むことを特徴とする半導体発光素子の製造方法である。

【0009】以下、本発明についてさらに詳細に説明する。本発明におけるオフ角0.8度以下のサファイアR面とは、単結晶サファイア( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ )において[1, -1, 0, 2]面(R面)がプラスマイナス0.8度以下の精度で基板面となっている研磨表面のことである。このオフ角はCu-K $\alpha$ 線を用いるX線回折法によるX線ロックンギングカーブから測定することができる。オフ角が0.8度以上になると多結晶窒化ガリウム系半導体薄膜を形成せしめても平坦な表面を有する単結晶窒化ガリウム系半導体薄膜が得られなくなり、結晶性自体も悪くなってしまう。したがって、オフ角は0.8度以下であることが必要であり、好ましくは0.5度以下さらに好ましくは0.3度以下である。さらに、RHEED(反射高速電子線回折装置)によりストリークパター

4

ンが観測できる基板表面であることが好ましいものである。

【0010】本発明における多結晶窒化ガリウム系半導体層とは、Al, Ga, あるいはInから選ばれる少なくとも一種類のIII族元素を含んでなる窒化ガリウム系半導体のことである。発光層の構造に合わせて多結晶窒化ガリウム系半導体層の組成を選べばよい。本発明においては、オフ角0.8度以下のサファイアR面基板上に多結晶窒化ガリウム系半導体薄膜を形成せしめるが、その膜厚は100~5000オングストロームとすることが必要である。100オングストローム以下では、その上に単結晶窒化ガリウム系半導体薄膜を作製することができないし、5000オングストローム以上の膜厚になると窒化ガリウムの3次元成長が起こるため表面平坦性が悪くなるという問題点がある。この多結晶窒化ガリウム系半導体薄膜層は該サファイア基板と窒化ガリウムの格子定数のミスマッチを緩和して、その上には単結晶窒化ガリウム系半導体薄膜が成長するための格子整合面を形成する役割をするとともに、キャリア密度が大きく電気抵抗が低いので電極としても使用できるという特長を有する。さらに、本発明によれば薄い膜厚で結晶性の良好な窒化ガリウム系半導体薄膜を得ることができるため、発光素子を作製するうえでドライエッチング法を使用することができる等の特長がある。窒化ガリウム系半導体発光素子全体の膜厚としては3 $\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、さらに2 $\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、1 $\mu\text{m}$ 以下にすることはより好ましいものとなる。

【0011】本発明における単結晶窒化ガリウム系半導体からなる発光層とは、n型、p型あるいはi型からなる単結晶窒化ガリウム系半導体からなり、たとえばn/i, n/p, n/i/p, n<sup>-</sup>/n/p, n<sup>-</sup>/n/i, n/p/p<sup>+</sup>等のような構造を有し、さらにそれぞれの層は組成の異なる単結晶窒化ガリウム系半導体薄膜を用いることも可能である。また、単結晶窒化ガリウム系半導体からなる量子井戸構造を形成せしめて、発光効率を高めたり、発光波長を制御することも可能である。本発明でいう窒化ガリウム系半導体薄膜とは、Al, Ga あるいはInから選ばれた少なくとも一種類のIII族元素からなり、必要に応じて混晶を用いることができる。多結晶窒化ガリウム半導体層を用いた場合の2層からなる発光層の構造の例としては、図2に示すn-GaN/i-GaNのような構造の他に、n-GaN/p-GaN, n-Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>N/p-Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>N, n-Ga<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N/p-Ga<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>Nのような構造があり、3層以上からなる発光層の構造の例としては図5に示すn-GaN/n-Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>N//p-Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>N(x $\geq$ y)の他に、n-GaN/n-Al<sub>1-x</sub>Ga<sub>x</sub>N/p-Al<sub>1-x</sub>Ga<sub>x</sub>N(x $\geq$ y), n-GaN/n-Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>N/p-Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>Nや図6に示すn-GaN/p-GaN/n

5

$-Ga_{1-x}In_xN/p-Ga_{1-x}In_xN$ などがある。また、III族元素の混晶からなる多結晶窒化ガリウム系半導体層を用いた場合の2層からなる発光層の構造の例としては、図7に示す $n-Ga_{1-x}In_xN/p-Ga_{1-y}In_yN$ の他に、 $n-Ga_{1-x}Al_xN/p-Ga_{1-y}Al_yN$ 、 $n-GaN/p-GaN$ のような構造があり、3層以上からなる発光層の構造の例としては図8に示す $n-Ga_{1-x}In_xN/n-Ga_{1-y}In_yN/p-Ga_{1-z}In_zN$  ( $x \geq y$ )、の他に $n-Al_{1-x}Ga_xN/n-Al_{1-y}Ga_yN/p-Al_{1-z}Ga_zN$  ( $x \geq y$ ) や  $n-Ga_{1-x}In_xN/p-Ga_{1-y}In_yN/n-Al_{1-z}Ga_zN$  ( $x \geq y$ ,  $a \geq b$ ) がある。しかし、とくにこれらに限定されるものではなく、上記の構造の種々の組合せを用いて、目的とする発光色の素子や多色化を行うことも可能である。

【0012】つぎに本発明の窒化ガリウム半導体発光素子の製造方法について説明する。本発明のガス状化合物とは基板上に所望の化合物半導体薄膜の結晶を成長させるために該薄膜の構成元素を含み基板上に供給されるものを言う。ガス状化合物としては、アンモニア、三フッ化窒素、ヒドラジンあるいはジメチルヒドラジン等を単独で、またはそれらを主体とする混合ガスを用いることができる。また、アンモニア、三フッ化窒素、ヒドラジンあるいはジメチルヒドラジンは窒素、アルゴンやヘリウム等の不活性ガスで希釈して使用することができる。これらのガスの供給方法としては該セルに至る配管の途中にバルブや流量制御装置、圧力制御装置を接続することによりこれらのガスの混合比や供給量の制御、供給の開始・停止を行うことができるようにしたものを用いることが好ましい。これらのガスを基板面に供給するためにはガスセルを使用することができ、さらに良質な窒化ガリウム系半導体薄膜を製作するために該ガスセルを所定の温度に加熱して窒素を含有する化合物を加熱して基板表面に供給することがより好ましいものとなる。該ガスセルには加熱を効率的に行うために、アルミナ、シリカ、ボロンナイトライド、炭化ケイ素等の耐熱性、耐食性の優れた材料を繊維状、フレーク状、破砕状、粒状としたものををガスセルに充填したり、さらにはそれらを多孔質状にして該ガスセルに設置してガス状化合物との接触面積を大きくすることにより加熱効率を上げることが好ましいものとなる。また、窒素をプラズマガスセルを用いて活性化して基板面に供給することも可能である。ガス状化合物の基板面への供給量は固体ソースより大きくする必要があり、ガス状化合物の供給量が固体ソースの供給量より小さくなると生成する半導体薄膜からのガス状化合物から供給される元素の抜けが大きくなるため、良好な半導体薄膜を得ることができなくなる。したがって、該ガス状化合物の供給量は固体ソースより10倍以上、好ましくは100倍以上、さらに好ましくは

6

1000倍以上にすることである。

【0013】本発明の固体ソースとは、III族元素としてはIII族元素の金属の単体や合金、あるいは金属塩を用いることができる。III族元素とは、Al, Ga, Inから選ばれる少なくとも一種類の元素のことである。また、本発明の窒化ガリウム系半導体薄膜を製作するときに不純物をドーピングして、キャリア密度制御、p型、i型あるいはn型の導電型制御を行うこともできる。p型またはi型の窒化ガリウム系半導体薄膜を得るためにドーピングする不純物の例としてはMg, Ca, Sr, Zn, Be, Cd, HgやLi等があり、n型窒化ガリウム系半導体薄膜を得るためにドーピングする不純物としてはSi, Ge, C, Sn, S, Se, Te等がある。これらのドーパントの種類とドーピング量を定めることによってキャリアーの種類やキャリアー密度を定めることができる。この場合、膜厚の方向にドーピングする濃度を変えたり、特定の層のみにドーピングするδドーピングの方法を用いることもできる。

【0014】本発明におけるMBE法による窒化ガリウム系半導体薄膜を製作する上で、III族元素と窒素を含有する化合物を同時に基板面に供給したり、III族元素と窒素を含有する化合物を交互に基板面に供給したり、あるいは該薄膜成長時に成長中断して該薄膜の結晶化を促進したりする方法を行うこともできる。とくに、RHEEDパターンを観察してストリークが見えることを確認しながら膜成長を行うことは好ましいことである。

【0015】以下、一例としてアンモニアガスを用いるMBE法を用いた窒化ガリウム系半導体層構造からなる窒化ガリウム系半導体発光素子の製造方法について説明するが、とくにこれに限定されるものではない。装置としては、図1に示すような真空容器1内に、蒸発用ルツボ(クヌードセンセル)2, 3および4, ガスセル5, 基板加熱ホルダー6を備えた結晶成長装置を使用した。

【0016】蒸発用ルツボ2にはGa金属を入れ、基板面において $10^{15} \sim 10^{20}/\text{cm}^2 \cdot \text{sec}$ になる温度に加熱した。アンモニアの導入にはガスセル5を用い、基板7に直接吹き付けるようにした。導入量は基板表面において $10^{15} \sim 10^{20}/\text{cm}^2 \cdot \text{sec}$ になるように供給した。蒸発用ルツボ3にはIn, Al, As, Sb等を入れ、所定の組成の混晶系の化合物半導体になるように温度および時間を制御して成膜を行なう。蒸発用ルツボ4にはMg, Ca, Sr, Zn, Be, Sb, Si, Ge, C, Sn, Hg, Li, P等を入れ、所定の供給量になるように温度および供給時間を制御することによりドーピングを行なう。

【0017】基板7には、オフ角が0.8度以下のサファイアR面を用い、200~900℃に加熱した。まず、基板7を真空容器1内で900℃で加熱した後、所

7

定の成長温度に設定し0.1~10オングストローム/secの成長速度で100~5000オングストロームの厚みの多結晶窒化ガリウム系半導体層を作製する。さらに、該多結晶窒化ガリウム系半導体層の上に0.1~10オングストローム/secの成長速度で0.05~2 $\mu$ mの厚みの単結晶窒化ガリウム系半導体層を作製した。続いて、該単結晶窒化ガリウム系半導体層の上にGaのシャッターと同時にMgのシャッターを開けて、100~10000オングストロームのMgをドーピングした窒化ガリウム系半導体層を形成し、窒化ガリウム系半導体積層構造を作製した。

【0018】 7 ついで、該積層薄膜にリソグラフィプロセスを行うことにより、素子の形状を設定するとともに電流を注入するための電極を設ける。リソグラフィプロセスは通常のフォトリソ材料を用いるプロセスで行うことができ、エッチング法としてはドライエッチング法を行うことができる。ドライエッチング法としては、通常の方法を用いることができ、イオンミリング、ECRエッチング、反応性イオンエッチング、イオンビームアシストエッチング、集束イオンビームエッチングを用いることができる。とくに本発明においては窒化ガリウム系半導体積層薄膜の全体膜厚が小さいためにこれらのドライエッチング法が効率的に適用できるのも特長の一つである。電流を注入するための電極としては、AlやInの金属、酸化スズ、酸化インジウム、酸化スズ-酸化インジウム、酸化亜鉛、縮退したGa<sub>x</sub>NやZnS<sub>x</sub>等を用いることができ、MBE法、真空蒸着法、電子ビーム蒸着法やスパッタ法等により作製することができる。

【0019】 この方法で得られた素子をダイシングソー等で切断し、ワイヤーボンダーにより金線を用いて配線を行った。この素子の電極に20Vの電圧を印加して15mAの電流を注入することにより、15mcdの青色発光が観測された。

【0020】

【実施例】 以下、実施例によりさらに詳細に説明する。

【0021】

【実施例1】 アンモニアを用いたMBE法により、窒化ガリウム系半導体発光素子を作製した例について説明する。図1に示すような真空容器1内に、蒸発用ルツボ2、ガスセル5、および基板加熱ホルダー6を備えた結晶成長装置を用いた。

【0022】 蒸発用ルツボ2にはGa金属を入れて1020℃に加熱し、蒸発用ルツボ4にはMg金属を入れて280℃に加熱した。ガスとしてはアンモニアを使用し、ガスの導入には内部にアルミナファイバーを充填したガスセル5を使用し、370℃に加熱してガスを直接に基板7に吹き付けるようにして5cc/minの速度で供給した。

【0023】 基板7としては、オフ角が0.5度のサフ

8

ァイアR面を使用する。真空容器内の圧力は、成膜時において $1 \times 10^{-8}$ Torrであった。まず、基板6を900℃で30分間加熱し、ついで750℃の温度に保持し成膜を行う。成膜はアンモニアをガスセル5から供給しながらGaのルツボのシャッターを開けて行い、1.2オングストローム/secの成膜速度で膜厚500オングストロームの多結晶窒化ガリウム半導体層を作製した。続いて、該多結晶窒化ガリウム半導体層の上に3000オングストロームの単結晶窒化ガリウム半導体層を作製し、さらにその上にGaのシャッターと同時にMgのシャッターを開いて、500オングストロームのMgをドーピングしたi型窒化ガリウム半導体層を形成することによって窒化ガリウム半導体積層構造を作製した。

【0024】 8 ついで、該積層薄膜にリソグラフィプロセスを行うことにより、電流を注入するための電極を設ける。リソグラフィプロセスは通常のフォトリソ材料を用いるプロセスで行うことができ、エッチング法として、イオンミリングを行うことによって、電流を注入する電極を形成するため窓を作製した。ついで、Al電極を真空蒸着法によって形成した。

【0025】 この方法で得られた素子をダイシングソーで切断し、ワイヤーボンダーにより金線を用いて配線を行った。本発明の素子構造を図2に、ダイオード特性を測定した結果を図3に示す。この素子の電極に20Vの電圧を印加して15mAの電流を注入すると、15mcdの青色発光が観測された。発光スペクトルは図4に示す。

【0026】

【実施例2】 アンモニアを用いたMBE法により、窒化ガリウム系半導体発光素子を作製した例について説明する。図1に示すような真空容器1内に、蒸発用ルツボ2と3、ガスセル5、および基板加熱ホルダー6を備えた結晶成長装置を用いた。

【0027】 蒸発用ルツボ2にはGa金属を入れて1020℃に加熱し、蒸発用ルツボ3にはIn金属を入れて660℃に加熱し、蒸発用ルツボ4にはMg金属を入れて280℃に加熱した。ガスとしてはアンモニアを使用し、ガスの導入には内部にアルミナファイバーを充填したガスセル5を使用し、370℃に加熱してガスを直接に基板7に吹き付けるようにして5cc/minの速度で供給した。

【0028】 基板7としては、オフ角が0.5度のサファイアR面を使用する。真空容器内の圧力は、成膜時において $1 \times 10^{-8}$ Torrであった。まず、基板6を900℃で30分間加熱し、ついで750℃の温度に保持し成膜を行う。成膜はアンモニアをガスセル5から供給しながらGaとInのルツボのシャッターを開けて行い、1.2オングストローム/secの成膜速度でGa<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>N(x=0.12)の組成で膜厚900オングストロームの多結晶窒化ガリウム系半導体層を作製した。続

いて、該多結晶窒化ガリウム系半導体層の上に5000  
 オングストロームの $Ga_{1-x}In_xN$  ( $x=0.12$ )  
 の組成で単結晶窒化ガリウム系半導体層を作製し、さら  
 にその上にGaのシャッターと同時にMgのシャッター  
 を開いて、600オングストロームのMgをドーピング  
 した $Ga_{1-x}In_xN$  ( $x=0.12$ )の組成のi型窒  
 化ガリウム系半導体層を形成することによって窒化ガリ  
 ウム系半導体積層構造を作製した。

【0029】 10 ついで、該積層薄膜にリングラフィードプロ  
 セスを行うことにより、電流を注入するための電極を設  
 ける。リングラフィードプロセスは通常のフォトリソ  
 材料を用いるプロセスで行うことができ、エッチング法  
 として、イオンミリングを行うことによって、電流を注  
 入する電極を形成するため窓を作製した。ついで、A1  
 電極を真空蒸着法によって形成した。

【0030】 この方法で得られた素子をダイシングソー  
 で切断し、ワイヤーボンダーにより金線を用いて配線を\*

\*行った。この素子の電極に20Vの電圧を印加して12  
 mAの電流を注入すると、12mcdの緑色発光が観測  
 された。

【0031】

【実施例3～5】 多結晶窒化ガリウム半導体層の厚さを  
 200、2000、4000オングストロームにした以  
 外は実施例1と同様の方法により窒化ガリウム半導体発  
 光素子を作製した。印加電圧を20Vとした場合の素子  
 の特性を実施例1とともに表1に示す。

【0032】

【比較例1、2】 多結晶窒化ガリウム半導体層の厚さを  
 50、6000オングストロームにした以外は実施例1  
 と同様の方法により窒化ガリウム半導体発光素子を作製  
 した。印加電圧を20Vとした場合の素子の特性を表1  
 に示す。

【0033】

【表1】

	多結晶窒化ガリウム 半導体層厚み、オングストローム	発光強度, mcd
実施例3	200	1.6
実施例1	500	2.5
実施例4	2000	2.1
実施例5	4000	1.7
比較例1	50	3
比較例2	6000	4

【0034】

【発明の効果】 本発明による窒化ガリウム系半導体発光  
 素子は、サファイアR面基板上に1 $\mu$ m以下という窒化  
 ガリウム系半導体の膜厚で電流注入により青色発光する  
 素子を作製することができた。また、膜厚が小さいため  
 発光素子を作製するプロセスが容易で信頼性の高いもの  
 になり、かつ光の取り出し効率を高くすることができる  
 という特徴がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】 薄膜作製に用いた結晶装置の概略図である。

【図2】 実施例1で作製した窒化ガリウム半導体発光素  
 子の断面構造を示した図である。

【図3】 実施例1で作製した窒化ガリウム半導体発光素50

素子のダイオード特性を示した図である。

40 【図4】 実施例1で作製した窒化ガリウム半導体発光素  
 子の発光スペクトルを示した図である。

【図5】 多結晶Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>Nを用いたGa<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>N系発光  
 素子の断面構造を示した図である。

【図6】 多結晶Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>Nを用いたGa<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>N系発光素子の断面構造素子の構造を示した図である。

【図7】 多結晶Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>Nを用いたシングルヘテ  
 ロ構造のGaInN系発光素子の断面構造を示した図で  
 ある。

【図8】 多結晶Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>Nを用いたダブルヘテロ  
 構造のGaInN系発光素子の断面構造を示した図であ  
 る。



11

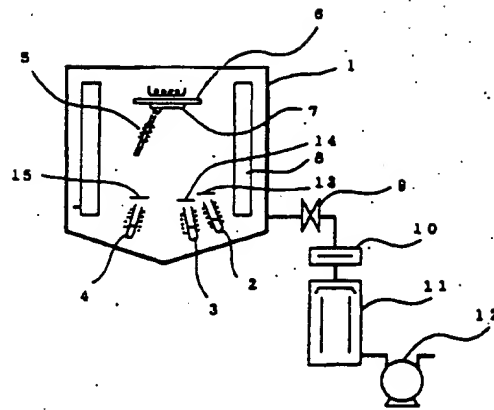
## 【符号の説明】

- 1 真空容器
- 2 蒸発用ルツボ
- 3 蒸発用ルツボ
- 4 蒸発用ルツボ
- 5 ガスセル
- 6 基板加熱ホルダー
- 7 基板
- 8 クライオパネル
- 9 バルブ
- 10 コールドトラップ
- 11 油拡散ポンプ
- 12 油回転ポンプ
- 13 シャッター

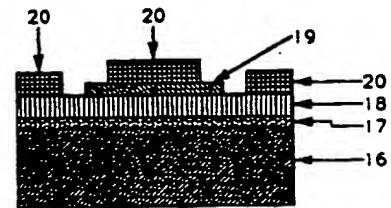
12

- 14 シャッター
- 15 シャッター
- 16 サファイアR面基板
- 17 多結晶Ga<sub>0.4</sub>N層
- 18 単結晶n-GaN層
- 19 単結晶i-GaN層
- 20 Al電極
- 21 単結晶n-Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>N層
- 22 単結晶p-Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>N層
- 10 23 単結晶p-GaN層
- 24 多結晶Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>N層
- 25 単結晶p-Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>N層 ( $x \geq y$ )
- 26 単結晶n-Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>N層 ( $x \geq y$ )

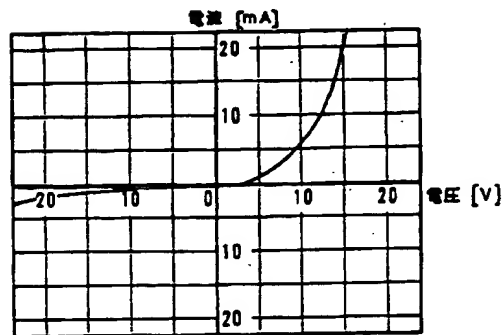
【図1】



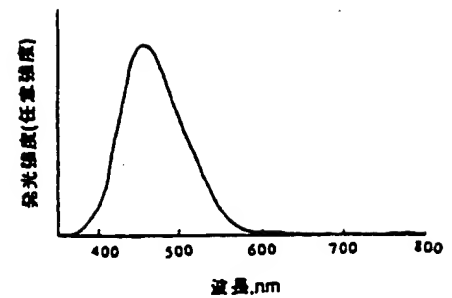
【図2】



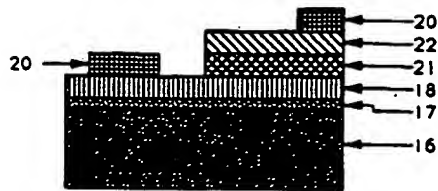
【図3】



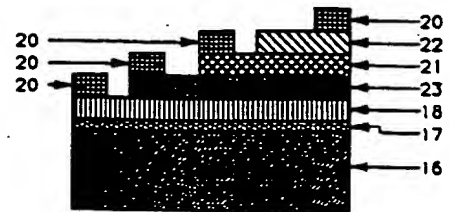
【図4】



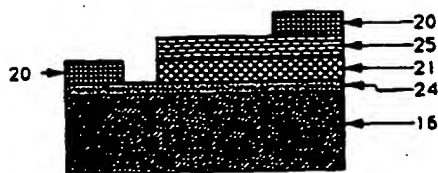
【図5】



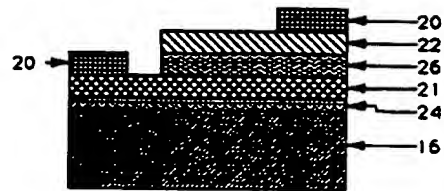
【図6】



【図7】



【図8】



## 【手続補正書】

【提出日】平成4年2月5日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0019

【補正方法】変更

【補正内容】

【0019】この方法で得られた素子をダイシングソー等で切断し、ワイヤーボンダーにより金線を用いて配線を行った。この素子の電極に20Vの電圧を印加して15mAの電流を注入することにより、2.5mcdの青色発光が観測された。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0025

【補正方法】変更

【補正内容】

【0025】この方法で得られた素子をダイシングソーで切断し、ワイヤーボンダーにより金線を用いて配線を行った。本発明の素子構造を図2に、ダイオード特性を測定した結果を図3に示す。この素子の電極に20Vの電圧を印加して15mAの電流を注入すると、2.5mcdの青色発光が観測された。発光スペクトルは図4に示す。